

Федеральное агентство по образованию
Российской Федерации

Московский инженерно-физический институт
(государственный университет)

Г. Н. Елманов, Б.А. Логинов

**ИССЛЕДОВАНИЕ ТОПОЛОГИИ
ПОВЕРХНОСТИ МЕТОДОМ СКАНИРУЮЩЕЙ
ТУННЕЛЬНОЙ МИКРОСКОПИИ**

Лабораторный практикум

Рекомендовано УМО
«Ядерная физика и технологии»
в качестве учебно-методического пособия для студентов
высших учебных заведений

Москва 2008

УДК 620.179.118(076.5)

ББК 22.338я7

Е 52

Елманов Г.Н., Логинов Б.А. Исследование топологии поверхности методом сканирующей туннельной микроскопии: Лабораторный практикум. М.: МИФИ, 2008. – 48 с.

В пособии приведено описание устройства, программного обеспечения и порядка работы на сканирующем мультимикроскопе СММ-2000 в режиме туннельной микроскопии. Подробно изложена методика запуска и пошаговой настройки микроскопа, а также получения и оптимизации изображений. На конкретном примере рассмотрены возможности анализа изображения с целью определения шероховатости поверхности и исследования морфологических особенностей структурно-фазовых составляющих образца. Даны порядок выполнения лабораторной работы, требования к оформлению отчета, а также контрольные вопросы.

Предназначено для студентов МИФИ, обучающихся по специальностям «Физика металлов» и «Физика конденсированного состояния». Используется в дисциплинах «Наноматериалы и нанотехнологии» и «Физические методы исследований».

Пособие подготовлено в рамках Инновационной образовательной программы.

Рецензент д-р физ.-мат. наук В.Ф. Петрунин

© *Московский инженерно-физический институт
(государственный университет), 2008*

ISBN 978-5-7262-0990-6

СОДЕРЖАНИЕ

ЦЕЛЬ РАБОТЫ.....	4
1. КОНСТРУКЦИЯ МИКРОСКОПА СММ-2000.....	4
2. ПОДГОТОВКА МИКРОСКОПА К РАБОТЕ	6
2.1. ЗАКРЕПЛЕНИЕ И ОБНОВЛЕНИЕ СТМ-ИГЛЫ	6
2.2. КРЕПЛЕНИЕ ОБРАЗЦА	9
2.3. УСТАНОВКА СТМ-СТОЛИКА	11
2.4. ВКЛЮЧЕНИЕ И НАСТРОЙКА СТМ-РЕЖИМА	14
2.5. ВЫБОР ОБЛАСТИ СКАНИРОВАНИЯ	17
2.6. ВЫБОР ПАРАМЕТРОВ СКАНИРОВАНИЯ	20
2.7. ПОДВОД ИГЛЫ К ОБРАЗЦУ	22
3. ПОЛУЧЕНИЕ ИЗОБРАЖЕНИЯ.....	26
3.1. СКАНИРОВАНИЕ КАДРА И НАСТРОЙКА ПАРАМЕТРОВ СКАНИРОВАНИЯ	26
3.2. ИЗМЕНЕНИЕ РАЗМЕРА КАДРА.....	36
3.3. СКАНИРОВАНИЕ С ПЕРЕЗАПУСКОМ И ВТОРЫМ КАДРОМ	40
3.4. АНАЛИЗ ИЗОБРАЖЕНИЙ.....	42
3.5. ВЫХОД ИЗ РЕЖИМА СКАНИРОВАНИЯ И ВЫКЛЮЧЕНИЕ	42
4. ПРИМЕР ИССЛЕДОВАНИЯ МЕТОДОМ СКАНИРУЮЩЕЙ ТУННЕЛЬНОЙ МИКРОСКОПИИ: ПЛЕНКА ИЗ TiN.....	43
5. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ	46
КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ.....	47
ВОПРОСЫ ВХОДНОГО КОНТРОЛЯ.....	47
ВОПРОСЫ ВЫХОДНОГО КОНТРОЛЯ.....	47
СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ.....	47

ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Цель работы – получение оптимизированного изображения поверхности образца на сканирующем зондовом микроскопе СММ-2000 в режиме туннельной микроскопии, а также определение шероховатости поверхности и проведение анализа морфологических особенностей структурно-фазовых составляющих образца.

1. КОНСТРУКЦИЯ МИКРОСКОПА СММ-2000

Сканирующий зондовый микроскоп СММ-2000 (ОАО «Завод Протон-МИЭТ», г. Зеленоград) имеет два режима работы: он работает как сканирующий туннельный микроскоп (СТМ) и как контактный атомно-силовой микроскоп (АСМ).

Технические характеристики микроскопа СММ-2000

Поле кадра:	от 16/16 мкм до 10/10 нм, глубина до 2 мкм
Разрешение:	0,03 нм по вертикали, 0,3 нм (СТМ) и 1 нм (АСМ) по латерали
Позиционирование зонда:	3 мм по вертикали (Z) и 6 / 6 мм по латерали (XY)
Размер образца:	длина 5...10 мм, ширина 3...10 мм, высота 0,5...3 мм

Внутри корпуса микроскопа СММ-2000 (рис.1) на четырёх пружинах подвешена тяжёлая плита, на которую в свою очередь подвешен тяжёлый латунный *якорь*. На якоре собрана прецизионная кинематика микроскопа (сканер и система подачи иглы).

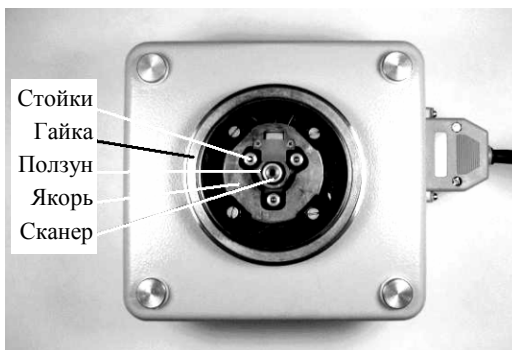


Рис. 1. Микроскоп СММ-2000, вид сверху

Из-за двойной подвески частота, на которой колеблется якорь при ударе или других воздействиях на корпус или стол, на котором стоит

микроскоп, составляет всего 2 Гц. Виброгашение достигает 60 дБ, т.е. 1000 раз. Жёсткость якоря и его небольшие размеры определили высокую частоту его основного механического резонанса (8 кГц), что обеспечило невосприимчивость микроскопа к вибрациям и звуковым помехам. Если установить микроскоп на отдельном столике и защитить его от потоков воздуха, то даже без использования встроенной в микроскоп *виброподвески* микроскоп будет давать разрешение на уровне 1 нм. Использовать виброподвеску рекомендуется только в исключительных случаях, так как работать с ней более сложно – колеблется и образец, и столик с иглой. На время установки образца и столика при этом необходимо закрутить накладную латунную «гайку» якоря сверху на корпусе микроскопа, что приведёт к опусканию внутри микроскопа четырёх ножек, которые надавят на выступы якоря и прижмут его к дну основания. При переносе или перемещении микроскопа якорь и плиту необходимо прикрутить к корпусу микроскопа, что делается четырьмя винтами снизу дна.

В центре внутри к якорю прикреплён *сканер*, представляющий собой *пьезотрубку* с разделёнными *X*, *Y* и *Z* электродами и верхним фланцем, к которому прикручивается держатель образца с образцом. Сканер осуществляет сканирование образцом относительно подающейся к поверхности образца игле, в результате чего формируется кадр. *Игла* укрепляется на *столике*, а столик стоит на «опорах» – шариках, вклеенных в верхние фланцы трёх пьезотрубок, стоящих на цилиндрическом «ползуне». Столики могут скользить по шарикам вбок на 3 мм в каждую сторону, так как имеют снизу полированные сапфировые пластинки, которыми они стоят на шариках. Передвигать столики вбок оператор может как вручную, так и точными шагами (0,1 – 2 мкм) от компьютера, подающего на систему из трёх пьезотрубок управляющие напряжения. Передвигая столики оператор, таким образом, ориентирует иглу на нужное место на образце, видя горизонтально лежащую поверхность образца и подводящуюся сбоку иглу в *оптический микроскоп* типа МБС-10, под который из-за малого размера без проблем ставится микроскоп СММ-2000.

Для подачи иглы по вертикали к образцу или от образца служит система из шести пьезотрубок, укреплённых на якоря. Подача на них управляющих напряжений приводит к поднятию или опусканию *ползуна*, и, таким образом, перемещению иглы относительно образца.

2. ПОДГОТОВКА МИКРОСКОПА К РАБОТЕ

2.1. Закрепление и обновление СТМ-иглы

Применяющаяся в микроскопе СТМ-игла представляет собой отрезок платиновой проволоки диаметром от 0,2 до 0,5 мм и длиной от 12 до 14 мм, впаянный одним концом внутрь тонкостенной трубки из нержавеющей стали длиной от 8 до 12 мм с внешним диаметром 0,8 мм. Пайка осуществляется обычным паяльником, припоем типа ПОС-61 (без канифоли) с предварительным смачиванием кончика нержавеющей трубки ватным тампоном, намоченным ортофосфорной кислотой, с тщательной промывкой в горячей воде после пайки.

Наилучшего качества платиновая проволока, которая может быть применена для СТМ-игл, – это проволока диаметром 0,2 – 0,3 мм высокой чистоты, применяющаяся, например, для изготовления платиновых термометров сопротивления марок ТС и ПТСВ. Может быть применена платиновая проволока, используемая в термопарах (ППР), однако она мягче и образует менее острые иглы. В качестве нержавеющей трубочки диаметром 0,8 мм можно применить отрезок медицинской инъекционной иглы.

Для закрепления СТМ-иглы (рис. 2) необходимо вдеть её нержавеющей трубкой в одно из двух отверстий для иглы, подкрутить винт и с небольшим усилием зажать им трубку. Обновление иглы производится путём обрезания (рис. 3) небольшого кончика иглы миниатюрными прецизионными ножницами, прилагающимися в комплект микроскопа. Эти ножницы необходимо использовать только для отрезки игл и хранить в упаковке во избежание загрязнений, которые переходят на иглу при срезе. Допускается использование вместо ножниц также и миниатюрных острых бокорезов, желательно со специальными смещёнными на 0,1 – 0,2 мм лезвиями.

Ножницы надо держать перпендикулярно диску СТМ-столика, закусить ими примерно на середине их лезвий небольшой кончик (0,1 – 0,5 мм) платиновой проволоки, слегка потянуть ножницами за кончик иглы и, удерживая натяг, отрезать кончик. При этом сразу после обрезания ножницы из-за слабого натяга должны немного отскочить от иглы, что необходимо для того, чтобы они не задели и не замяли обновлённый кончик платиновой иглы.



Рис. 2. Крепление СТМ-иглы
в СТМ-столике

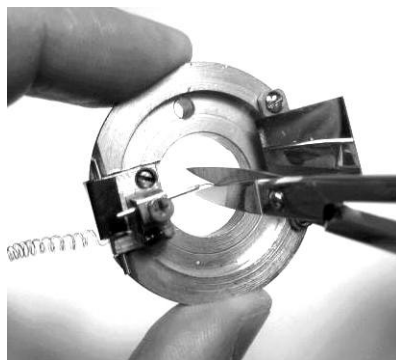


Рис. 3. Обновление СТМ-иглы
на СТМ-столике

При неоднократном обрезании иглы её длина уменьшается, и для того чтобы игла доставала до образца, в очередной раз обновления её переставляют в нижнее отверстие и обрезают после этой перестановки. Обновление желательно производить после каждой установки (перестановки) игл, так как и во время хранения иглы отдельно от СТМ-столика, и во время установки вероятен контакт её кончика с посторонними предметами.

При обрезании платиновой иглы ножницами происходит интересный процесс. Так как режущие лезвия представляют собой клинья (рис.4), они не только рассекают материал иглы, но и пытаются растянуть иглу в месте реза.

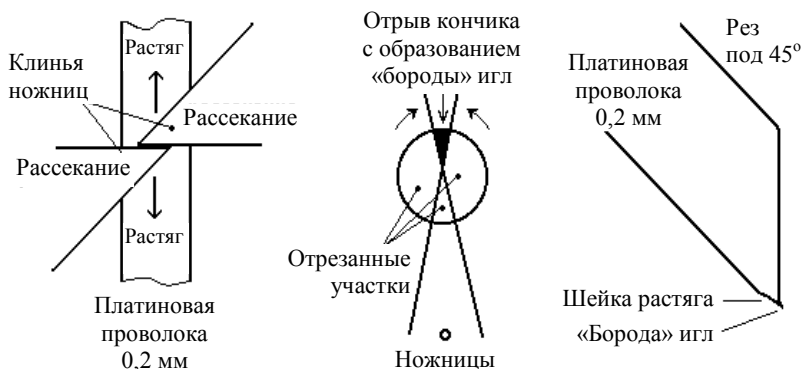


Рис. 4. Процесс обрезания иглы

Когда остаётся сравнительно небольшой недорезанный участок, клинья разрывают его за счёт растяжения, после чего остаётся вытянутый кончик с характерной шейкой растяжения. Разорванные концы платиновой проволоки, особенно если эта проволока чистая и холоднотянутая (с сильной аксиальной текстурой), представляют собой «бороду» очень острых игл с радиусом закругления на уровне 1 нм. Таких острых игл нельзя получить ни в каком другом методе заострения, включая вакуумную ионную заточку. Потренироваться в резке игл можно на медной (без лака) проволоке диаметром 0,2 – 0,5 мм, не закрепляя её в СТМ-столик.

Из-за того, что туннельный ток начинается при приближении острия к проводящей поверхности образца лишь с примерно 1 – 2 нм, при приближении «бороды» игл туннельный ток возникает только с самой длинной иглы. Заметим, что в подавляющем же большинстве случаев разница в длинах между самой длинной и следующей по длине иглами составляет более 2 мкм. Даже при сканировании «бородой» игл вдоль образца (при поддержании постоянства тока), несмотря на изменение угла наклона рельефа или резкие ступеньки, заметить переход туннельного тока на другую иглу почти никогда не удаётся.

В редких случаях, когда на не замятых иглах происходит *переключение туннельного тока* с одной острой иглы на другую, наблюдается смещение кадра на расстояние между иглами по ХУ.

При задевании чем-либо происходит *заминание* или *завивание* «бороды» игл, так что концы игл или завитки торчат примерно на одном уровне. Завиться или примяться может и только одна самая длинная игла. Это происходит при сканировании, если попался непроводящий участок, например толстый твёрдый оксид. Из-за необходимости поддержания величины туннельного тока неизменным игла устремляется к образцу и «въезжает» в этот участок. В этих случаях полученные кадры всегда содержат много *шума* из-за частого переключения тока при движении по рельефу (рис. 5, а).

Кроме того, из-за того что завитки имеют значительно больший радиус закругления чем кончик иглы, наблюдается *ухудшение резкости* кадра (рис. 5, б). В этих случаях обновление иглы обычно резко улучшает картинку.

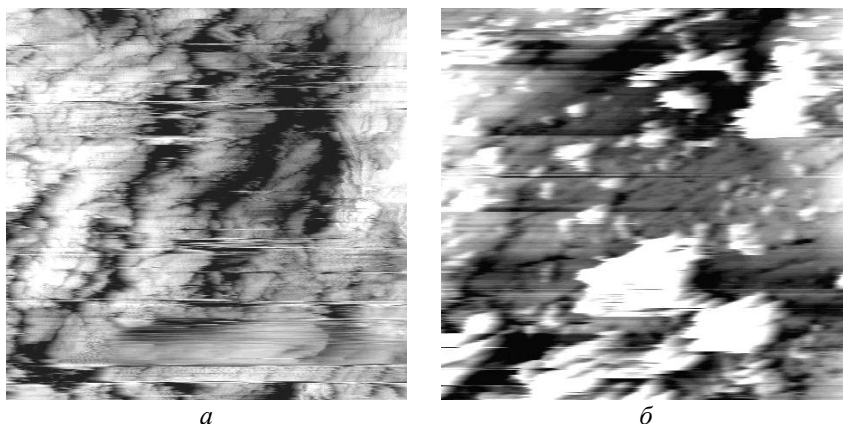


Рис. 5. Шум (а) и ухудшения резкости (б) кадра при замятии игл

2.2. Крепление образца

До закрепления образца в СТМ-режиме *желательно сначала проверить наличие электропроводности на поверхности образца.* Для этого надо взять тестер, установить его на режим прозвонки (если в тестере нет прозвонки – на режим измерения сопротивления до 10 кОм), и легко прикоснуться щупами к поверхности образца в двух точках на расстоянии 1 – 2 мм. Прикладываемый в комплект микроскопа тестер даёт звуковой сигнал, если сопротивление менее 1 кОм. Режим СТМ будет работать, если таким образом измеренное сопротивление меньше именно 1 кОм. Эта практическое наблюдение условий работоспособности СТМ-режима.

В случае если измеренное вышеуказанным способом электросопротивление более 1 кОм, но не более 20 – 50 кОм, ещё можно пробовать получить кадр, но он будет шумным, без хорошего разрешения.

После проверки и возможной подготовки образца образец можно закреплять на держатель образца. На образец, а точнее на исследуемую точку поверхности образца, в СТМ-режиме необходимо подать напряжение. В микроскопе оно подано на фланец сканера и подаётся далее на вкручивающийся в него держатель образца. Чтобы далее подать это напряжение на исследуемую поверхность образца, используются *фигурные пружинки* (рис. 6).

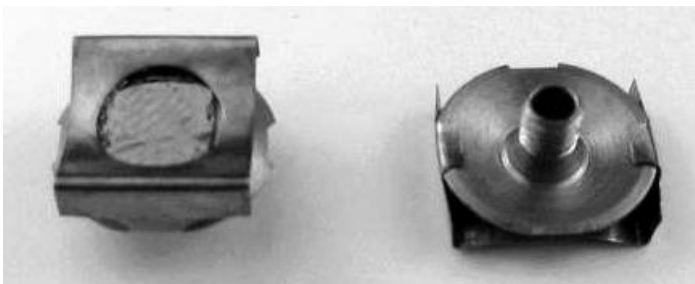


Рис. 6. Крепление образца пружинкой, вид сверху и снизу

Изначально они имеют длинные полосы для крепления, которые надо сформовать под каждый диапазон толщин возможных образцов-пластинок, например одну пружинку для толщин 0,3 – 0,6 мм, другую для толщин 3 – 4 мм и т.д. Для этого надо взять один образец из серии одинаковых по толщине образцов; положить его на держатель образца; надеть на него фигурную пружинку так, чтобы её полосы крепления вложились в боковые пазы держателя образца; перевернуть на стол всю конструкцию, придавить сверху так, чтобы дугообразная часть пружинки немного прогнулась; откусить бокорезами или ножницами так, чтобы в придавленном состоянии торчали концы длиной 0,5 – 0,8 мм; загнуть пинцетом эти концы под прямым углом внутрь столика.

Чтобы снять образец, надо немного отогнуть один конец пружинки таким образом, чтобы он вышел из паза столика вверх, и сместить образец. Для крепления следующего образца аналогичной толщины достаточно положить его на столик, сверху надеть пружинку, перевернуть на стол и надавить, тогда концы пружинки сами сначала разогнутся, проскальзывая по боковому скосу держателя столика, а потом защёлкнутся.

Размер образцов-пластинок, зажимаемых прилагающейся пружинкой, ограничивается размерами от 5 мм /5 мм до 8,5 мм /12 мм и толщиной до 4 мм. Для других размеров образца следует использовать другие виды крепления. Если образец имеет сплошную электропроводность, но не проводит ток только на поверхностном слое, его можно просто приклеить проводящим клеем. Максимальное ограничение размера образцов связано с диаметром 17 мм центрального отверстия в СТМ-столике.

Когда образец уже закреплён на держателе, держатель вместе с ним надо прикрутить к фланцу сканера (рис. 7). **Нельзя прилагать при этом боковых усилий на сканер**, так как он представляет собой тонкостенную хрупкую пьезотрубку и может треснуть в основании. Крутильные усилия и вертикальный нажим сканер выдерживает. Фланец сканера имеет центральную выемку, резьба начинается за ней. Поэтому держатель образца можно сначала положить винтом в выемку и потом начинать закручивать. В конце закрутки необходимо приложить небольшое усилие дозакрутки. В этот момент идущий после резьбы конус в держателе образца притирается к углу центральной выемки, таким образом обеспечивая надёжное безлюфтовое сцепление держателя образца со сканером.



Рис. 7. Установленный образец (без СТМ-столика)

2.3. Установка СТМ-столика

После установки образца необходимо установить СТМ-столик с СТМ-иглой, но до этого *желательно провести две предварительные процедуры.*

Во-первых, ввиду опасности «въехать» при этом СТМ-иглой в образец необходимо предварительно приподнять иглу кареткой СТМ-иглы. Это делается выкручиванием винта каретки (рис. 8) СТМ-иглы на 2 – 3 оборота от предыдущего состояния.

Во-вторых, для того чтобы у «ползуна» системы приближения иглы к образцу наверняка был запас хода для приближения иглы к образцу, желательно поднять этот ползун в максимально верхнее состояние. Для этого необходимо включить программу микроскопа «Scan Master», включить микроскоп **иконкой «Z»** или через «Scan» на панели «SMM-2000N Control Panel», далее на кнопке «**Back Z**» нажать правой клавишей мыши (при этом надпись на кнопке поменяется

на «Park Z»), и, не отжимая ее, щёлкнуть левой клавишей мыши, только после этого отпустить правую.

Запустившаяся процедура поднятия ползуна сопровождается «стрекотанием» микроскопа и работает в течение примерно 3 мин. Если в течение этого времени ползун достиг верхнего положения, то программа выдаёт сигнал в виде короткого гудка низкого тона, доносящегося из процессорного блока компьютера. Если такого сигнала нет, а процедура поднятия прекратилась, надо снова запустить эту процедуру. Если в течение 5 – 8 запусков всё равно сигнала нет, необходимо визуально проконтролировать поднятие ползуна, так как некоторые разновидности микроскопа СММ-2000 не подают сигнала. Ползун полностью поднят, когда между ним и низом стеклотекстолитовой планки (жёлтой, сверху сзади якоря на двух винтах) достигнут зазор примерно 0,5 мм (рис. 9).

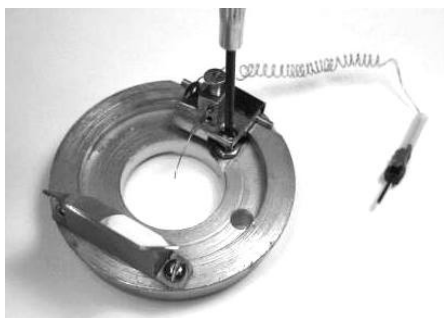


Рис. 8. Винт каретки СТМ-иглы на СТМ-столике до установки его в микроскоп



Рис. 9. Положение поднятого ползуна без СТМ-столика

После процедуры поднятия ползуна *желательно выключить микроскоп* нажатием правой верхней кнопки выключения «SMM-2000N Control Panel». При этом даже без выключения общей программы «Scan Master» выключается питание микроскопа и таким образом снимается высокое напряжение со всех элементов микроскопа. Проводить процедуру установки СТМ-столика, а также установки образца желательно без этих напряжений, так как в принципе можно задеть элементы микроскопа с высоким напряжением рукой. Кроме того, если при поданных напряжениях в микроскоп упадёт что-либо электропроводное, может произойти короткое замыкание внутри микроскопа.

Иногда проводить обе предварительные процедуры – и поднятие каретки СТМ-иглы, и поднятие ползуна – нет особой необходимости (например, при проведении серии исследований одинаковых по толщине образцов одной и той же иглой без срезания). Более желательно при этом проводить только вторую процедуру – поднятие ползуна («Park Z»), так как при этом поднимается ползун для резерва его работы при подводе.

После срезания иглы рекомендуется проводить обе предварительные процедуры, так как игла при срезании может довольно сильно согнуться в сторону образца.

После проведения предварительных процедур можно взять столик, опустить болтающийся на пружинке из тройной проволоочки разъем от иглы за пределы окна микроскопа на покрашенную поверхность, и опустить столик задней частью на два задних шарика ползуна. Потом, контролируя на всякий случай расстояние между иглой и образцом, надо опустить столик передней частью (где зеркальце) на передний шарик ползуна. Рекомендуется брать столик за торцы зеркальца, служащего лишь для наблюдения зазора между иглой и образцом в оптический микроскоп при установке на него микроскопа СММ-2000.

После установки столика взять разъем от иглы рукой (или пинцетом) и воткнуть его в одноконтakтное гнездо справа в окне микроскопа. При этом желательно проследить, чтобы пружинка проволоочки, идущая от разъема, не была натянута или сжата.

После установки столика можно поводить его в горизонтальной плоскости, не нажимая на столик сверху вниз во избежание проскальзывания ползуна вниз, и установить иглу над нужным местом на образце. При этом, однако, *нужно чтобы между образцом и стенками центрального отверстия в СТМ-столике оставался зазор хотя бы около 1 мм*, так как при последующем приближении возможно горизонтальное смещение столика.

Придерживая столик в этом положении от бокового сползания и поворота, далее надо часовой отвёрткой закручивать винт каретки СТМ-иглы на СТМ-столике, приближая СТМ-иглу к образцу так, чтобы в итоге остался ещё просматриваемый глазом зазор. Нельзя давить отвёрткой на винт во избежание проскальзывания ползуна вниз, желательно не доходить отвёрткой до дна паза винта, а крутить винт касанием отвёртки боковых стенок паза винта.

В большом количестве случаев поверхность образца – зеркальная, и, наблюдая двойное расстояние между кончиком иглы и его отражением в образце, легче контролировать зазор. Стремиться сделать зазор как можно меньше не следует, так как «борода» иглы на вершине СТМ-иглы не видна, и она может уже «врубиться» в образец, а глазом это не видно. Поэтому можно оставлять ещё вполне просматриваемый зазор 0,2 – 0,5 мм (рис. 10).

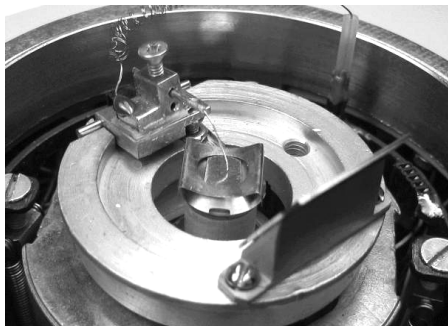


Рис. 10. Установленный СТМ-столик с образцом и иглой (видны зазоры между иглой и образцом, образцом и стенками центрального отверстия)

После предварительного приближения СТМ-иглы надо ещё раз проконтролировать положение СТМ-столика по горизонтали и скорректировать его, если игла сместилась вбок от нужной точки. Далее для экранировки электромагнитных наводок, к которым чувствителен СТМ-режим, необходимо закрыть крышку микроскопа с металлической сеткой на окне.

2.4. Включение и настройка СТМ-режима

Включение микроскопа СММ-2000 осуществляется программно с помощью контрольной панели микроскопа, на которой находятся все органы управления микроскопом (рис.11). Для этого используются иконки «Z» или «Scan».

Выбор СТМ-режима «It» микроскопа производится путём перебора режимов кнопками «Mode» в правом верхнем углу. При этом на всей контрольной панели меняется только небольшая область.

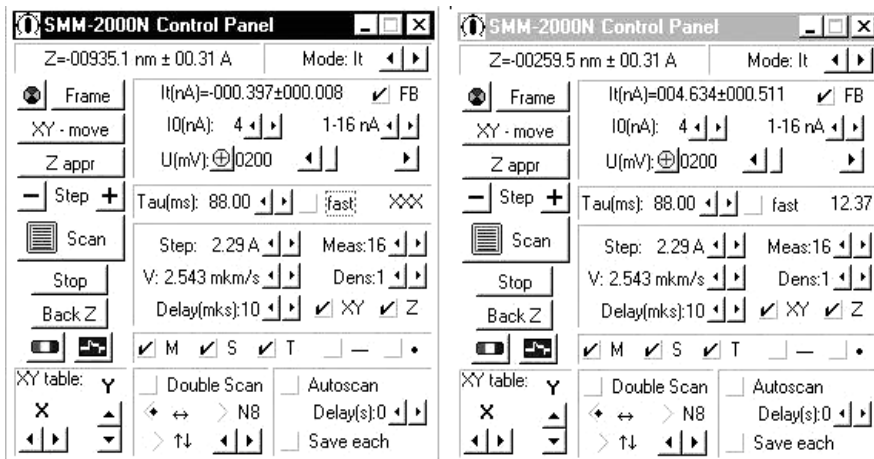


Рис. 11. Контрольная панель микроскопа в режиме СТМ – до подвода (слева) и после подвода (справа)

В случае СТМ-режима в этом окне фигурируют:

- измеряемый реальный туннельный ток « I_t (nA)»;
- назначаемый для поддержания на постоянном уровне туннельный ток « I_0 (nA)» со шкалой – диапазоном назначения;
- назначаемое напряжение « U (mV)» между образцом и иглой.

Кнопка «FB» должна быть всегда включена для устранения опасности въезжания иглы при дрейфе или сканировании.

Значение реального туннельного тока « I_t (nA)» будет всегда иметь некоторое смещение, т.е. будет отображаться ненулевой ток, даже если СТМ-игла ещё не приближалась к образцу. Это связано с дрейфом нуля предусилителя туннельного тока. Однако это не будет мешать, так как электронная схема микроскопа построена таким образом, что смещение тока всегда меньше назначаемого тока « I_0 ».

Для назначения туннельного тока « I_0 (nA)» необходимо сначала выбрать шкалу, а потом внутри этой шкалы назначить одно из 16 возможных дискретных значений тока. Выбирать значение тока в первом приближении можно из следующих соображений:

- на образцах с проводящими наночастицами необходимо уменьшать значения тока и работать в шкале 0,1 – 1,6 nA или даже в шкале 10 – 160 pA, так как эти наночастицы малы по сечению и могут разогреться током;

- на плохопроводящих материалах, на тонких проводящих плёнках на непроводящей подложке, на тонких (до 10 нм) органических или неорганических плёнках на проводящих подложках (в том числе на окисленных металлах), а также на плохопроводящих наночастицах (до 10 нм) на проводящей подложке надо назначать ток поменьше, в шкале 0,1 – 1,6 нА или даже в шкале 10 – 160 пА, так как эти объекты не проведут через себя большой ток;¹

- на неоокисленных металлах (свежих или благородных) и графите можно назначать практически любое значение туннельного тока в шкалах 1 – 16 и 0,1 – 1,6 нА.²

Для назначения напряжения «U(мВ)» между образцом и иглой надо отдельно назначить полярность подающегося на образец напряжения и величину напряжения по абсолютному значению в диапазоне от 0 до 5000 мВ. Величину напряжения можно менять разными способами. Можно захватить движок скроллера и отпустить его в необходимом месте. Можно щелчком на скроллере справа или слева от движка менять напряжение ровно по 100 мВ. При щелчке на кнопках скроллера напряжение будет меняться на 10 мВ. Если нужно менять ещё точнее, следует нажать правую кнопку мыши, и, удерживая её, щёлкать на кнопках скроллера левой кнопкой мыши, тогда напряжение будет меняться по 1 мВ.

Выбирать значение напряжения между образцом и иглой в первом приближении можно из следующих соображений:

- на неоокисленных металлах и графите напряжения можно назначать из всего возможного диапазона (рекомендуется не устанавливать низкие значения для уменьшения шума);

- на образцах с полупроводниковым характером проводимости следует выбирать напряжение больше значения ширины запрещённой зоны (если это значение не известно, в большинстве случаев

¹ При исследовании небольших непроводящих объектов и тонких плёнок на проводящей подложке снятие их рельефа в туннельном токе объясняется тем, что дебаевский радиус экранирования атомов проводящей подложки имеет увеличенное в десятки раз (умножением на диэлектрическую проницаемость среды) значение по сравнению с его значением для атомов, находящегося в вакууме (около 0,5 нм).

² Так как имеется широкий выбор, желательно избегать задания тока в началах этих шкал по причине повышенного шума электроники.

Кроме того, в шкале 1 – 16 нА нежелательно назначать ток более 8 нА из-за увеличения плотности проходящего через остриё иглы тока и разогрева острия.

можно выбрать 2,5 В, хотя на некоторых сложных системах, например плёнки из смеси силицидов и оксидов вольфрама на кварце, СТМ-режим работает начиная лишь с 4,5 – 5 В);

- на образцах с неагломерировавшими, слабозакреплёнными к проводящей подложке наночастицами (в том числе фуллеренами, нанотрубками, ДНК и вирусами) необходимо уменьшать значения напряжения до десятков и даже единиц милливольт, так как эти наночастицы могут за счёт электростатических сил шевелиться при прохождении СТМ-иглы и даже прыгать на неё;

- на образцах или объектах, обладающих сегнетоэлектрическими свойствами, также надо назначать малые значения напряжения (десятки и даже единиц милливольт), так как при подходе иглы из-за взаимодействия поля иглы с дипольными моментами исследуемых молекул их структуры могут деформироваться.

Рекомендуется при каждом включении компьютера с микроскопом (обычно это делается раз в день) сначала перейти в низковольтный режим (убрать галочку в «XY»), а потом снова включить высоковольтный режим.

2.5. Выбор области сканирования

На контрольной панели микроскопа (см. рис. 11) расположены для удобства друг под другом в столбец семь кнопок управления микроскопом («**столбовая дорога оператора**»: **Frame – XYmove – Z appr – Step – Scan – Stop – Back**), последовательное прохождение которых и представляет собой работу за микроскопом с целью получения кадров.

Нажатие на первой **кнопке «Frame»** (кнопка слева от неё с изображением лампочки не задействована) приводит к появлению окна «2D» (рис. 12), предназначенного для назначения рамки области сканирования и отображения кадров в двухмерном виде. При его открытии кнопкой «Frame» в 2D-окне выводится виртуальный кадр-сетка, размеры которого соответствуют размеру максимально возможного на каждом конкретном микроскопе кадра. Рассматривается микроскоп с максимальным кадром 16/16/2 мкм. Сетка состоит из 16/16 ячеек, поэтому можно сразу прикинуть, что на каждую ячейку приходится поле кадра 1/1 мкм. Полное имя кадра отображается в верхней строчке 2D-окна. Размер кадра и число снятых на него точек отображаются в строчке ниже.

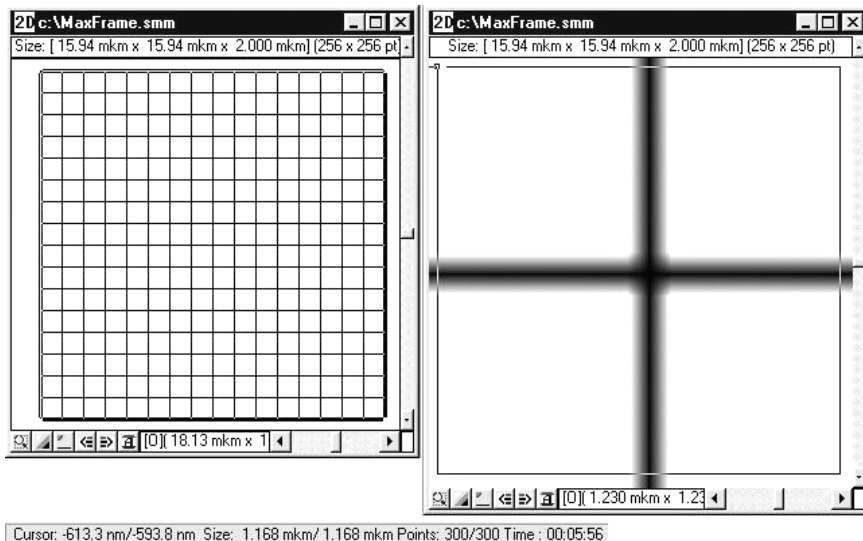


Рис. 12. 2D-окно с максимальным кадром 16/16/2 мкм (слева), с увеличением этого кадра и назначением рамки сканирования (справа), и с подстройкой при назначении рамки (внизу)

При первом назначении рамки сканирования рекомендуется делать размер рамки намного меньше, чем максимальный размер кадра по нескольким причинам. Во-первых, время сканирования кадра пропорционально физическому размеру кадра (в мкм). Во-вторых, при назначении большого кадра из-за возможной большой развитости рельефа образца по вертикали (по Z) или из-за общего наклона образца в этом месте диапазона сканера по Z (2 мкм в рассматриваемом в данном описании микроскопе) может не хватить.

Для того чтобы назначить первую рамку с физическим размером меньше максимального кадра, надо увеличить кадр-сетку. Для этого надо щёлкнуть на крайней левой нижней кнопке 2D-окна в виде лупы (курсор приобретёт вид лупы, а кнопка – вид перечёркнутой лупы) и левой кнопкой щёлкнуть, например, 3 раза, примерно в центре кадр-сетки. При каждом щелчке левой кнопкой будет происходить «цифровое» увеличение кадра в 2 раза в стороны от точки щелчка лупой (при щелчке правой кнопкой кадр уменьшается в 2 раза к точке щелчка лупой). В итоге в 2D-окне останется примерно 4 ячейки сетки. Размер и число точек в кадре меняться не будут, но будет меняться ото-

бражаемый в нижней строчке 2D-окна размер части кадра-сетки, видимой во всём 2D-окне. После достижения требуемого увеличения для возможности других операций надо вернуть нормальный вид курсора, щёлкнув курсором-лупой на кнопке крайней левой нижней кнопке 2D-окна в виде перечёркнутой лупы. При этом курсор приобретёт вид крестика, а кнопка – начальный вид лупы.

До выбора рамки рекомендуется сделать ещё одну операцию – подвести курсор на нижний правый угол 2D-окна (курсор при этом примет вид косой двусторонней стрелки), нажать на левую кнопку, удерживая её, немного растянуть 2D-окно и отпустить. При этом не только произойдёт растяжение 2D-окна, но и сцентрируется кадр (в нашем случае кадр-сетка) – сдвинется так, что центр кадра окажется в центре 2D-окна. Этого трудно достичь выбором места щелчков курсором-лупой, и также трудно достичь перемещением кадра с использованием скроллеров 2D-окна, так как центр кадра никак не отмечен. В центре кадра микроскоп работает с маленькими рабочими напряжениями на сканере, здесь лучше линейность и меньше искажения объектов.

Для выбора рамки необходимо в любом месте внутри 2D-окна произвести двойной щелчок левой кнопкой. Курсор при этом поменяет вид на тот один из видов курсора выбора рамки, который был использован в этой программе в последний раз. Первый раз – это курсор в наиболее часто используемом виде квадрата с горизонтальным сканированием, с помощью него выбирается только квадратная рамка с обычным сканированием – горизонтальными строчками и переходами вниз на следующую строчку.

Вид курсора выбора рамки можно менять щелчками правой кнопки мыши. Есть ещё три вида – квадратная рамка с вертикальным сканированием, произвольная прямоугольная рамка с горизонтальным сканированием и произвольная прямоугольная рамка с вертикальным сканированием. Выбор рамки зависит от пожеланий оператора, однако следует понимать, что вид объектов на кадре будет немного различаться при горизонтальном и вертикальном сканированиях.

При перемещении курсора выбора рамки в 2D-окне в информационной подстроке будут отображаться XY-координаты курсора в координатах сканера микроскопа. В центре максимального кадра-сетки XY-координаты равны нулю. При нажатии левой кнопки мыши в подстроке зафиксированы координаты в точке нажатия кнопки, и,

ведя мышкой, растягивается будущая рамка сканирования. При этом же в подстроке появляются изменяющиеся данные рамки – физический размер, число точек и примерное время сканирования.

Рамка не может быть выведена за пределы рамки максимального скана, который при включённом окне управления микроскопом всегда выводится на 2D-окно. Рамка максимального скана прорисовывается толстой линией, при выводе кадра-сетки максимального скана она совпадает с границей этого кадра-сетки. Рамка максимального скана может просто не попадать на 2D-окно при больших увеличениях.

Рекомендуется формировать рамку движением мыши вниз и направо. При этом особым образом отмеченная начальная точка рамки остаётся в верхнем левом угле. Сканирование по такой рамке будет начинаться из этой начальной точки сначала по первой строчке вправо, далее возврат по этой же строчке к начальной точке, переход на одну точку вниз, сканирование вправо по строчке и т.д. Для восприятия кадра достаточно иметь примерно 550/550 точек. Хорошо видны объекты размерами в 2 – 100 раз меньше размера кадра. Объекты, которые мельче 5/5 – 10/10 точек, уже почти не воспринимаются.

Встречается необходимость получения кадра с очень большим числом точек. Для этого надо в окне управления микроскопом («SMM-2000N Control Panel») увеличить параметр Dens – плотность точек по отношению к точкам дисплея. Так можно снять кадр до 64 000 / 64 000 точек. Однако это потребует значительно большего времени для сканирования (до сотен часов).

2.6. Выбор параметров сканирования

Сканирование строчки кадра происходит следующим образом. Продвижение по строчке всегда осуществляется «элементарными» шагами, величина которых регулируется параметром «Step» в окне управления микроскопом (см. рис. 11). Минимальная величина этого «элементарного» шага составляет максимальную величину рамки сканирования по X, делённую на число шагов (65536, 16 разрядов). Для микроскопа с 16/16 мкм полем при высоковольтном управлении («XY») это примерно 0,24 нм, а при низковольтном управлении («ху») примерно 0,0032 нм. Идти при сканировании таким малым шагом необходимо из-за того, что зазор между СТМ-иглой и поверхностью образца составляет около 1 нм и туннельный ток очень сильно зависит от этого зазора – при изменении зазора на

0,1 нм туннельный ток изменяется почти на порядок. Если, например, на поверхности наклон хотя бы в 45 градусов, а игла сделает шаг более 0,5 нм, зазор между иглой и поверхностью уменьшится более чем на 0,3 нм, туннельный ток возрастёт более чем в 1000 раз, что может привести к сгоранию иглы. Поэтому в СТМ-режиме желательно задавать как можно меньшие элементарные шаги. Правда, в режиме низковольтного управления, где есть возможность задания слишком малых шагов, иногда приходится их увеличивать для ускорения процесса сканирования.

На каждом «элементарном» шаге игла делает задержку, регулируемую кнопками справа от параметра «V» (скорость сканирования). Диапазон задержки составляет от 10 до 1000 мкс. Из-за этой задержки средняя скорость сканирования меняется. Для того чтобы иметь возможность сравнивать условия сканирования кадров в разных микроскопах, принято выводить для индикации именно скорость. Поэтому при изменении задержки пересчитывается значение скорости, и оно выводится как параметр «V». Регулируя параметр «V», надо всегда иметь в виду, что он зависит и от задержки, и от величины элементарного шага. Для увеличения «V» желательнее это делать кнопками около «V», т.е. уменьшая задержку, а не увеличивая шаг «Step».

Нормальной скоростью для микроскопа с 16/16 мкм полем при размере рамки сканирования около единиц микрон в СТМ-режиме будет скорость в 2 мкм/с (на сканере 40/40 мкм – такая же). Это относительно высокая скорость, если учесть, что игла находится в 1 нм от поверхности и не должна изменить этот зазор более чем на 0,1 нм.

Выполняя движение по строчке элементарными шагами и поддерживая постоянным туннельный ток, периодически через какое-то количество шагов производится измерение высот нахождения иглы (и, стало быть, высот рельефа), из которого и формируется матрица высот рельефа, отображаемая в 2- или 3-мерный кадр. Если, допустим, размер рамки сканирования 3/3 мкм, а число точек измерения 600 / 600, то расстояние между точками измерения 5 нм.

По приходу иглы в каждую точку измерения в первую очередь выполняется задержка «Delay», регулируемая в окне управления микроскопом. Эта задержка необходима для того, чтобы немного запаздывающее за подачей управляющих напряжений механическое перемещение иглы, неважное на элементарных шагах, было устранено при приходе в точку измерения, и игла встала именно над той точкой

рельефа, высоту которой нужно измерить. Обычно достаточно задержки Delay в 10 – 30 мкс. Далее в каждой точке измерения производится подряд несколько измерений значений высоты, которые затем фильтруются и усредняются. Количество этих измерений задаётся параметром «Meas» в окне управления микроскопом. Измерения производятся быстро, каждое измерение занимает 20 мкс, поэтому увеличение количества измерений «Meas» не сильно сказывается на увеличении времени сканирования кадра. Обычное значение «Meas» – 16. При шуме на кадре назначают большее значение «Meas», например 32 или 64.

Перед запуском подвода иглы к образцу желательно проконтролировать назначенное значение ещё одного параметра – быстродействия системы поддержания заданного сигнала. Это параметр «Tau(ms)» в окне (см. рис. 11) управления микроскопом. На микроскопах с полем 16/16 мкм в СТМ-режиме параметр «Tau(ms)» обычно устанавливают равным 88 мс (флажок Fast отключен).

2.7. Подвод иглы к образцу

Для подвода иглы к образцу надо выполнить две основные процедуры – «нацеливание» иглы по XY на начальную точку назначенной рамки сканирования (кнопка «XY move») и подвод иглы по Z (кнопка «Z app»), а также при необходимости сделать дополнительную процедуру коррекции Z-координаты сканера.

При нажатии на кнопку «**XY move**» в ряде кнопок, в том числе в кнопке «Z app», надписи изменяют свой цвет с чёрного на серый. В это время со скоростью, заданной параметром V, сканер перемещает по XY образец так, чтобы итоговые поданные на сканер XY координаты управления стали равны XY координатам начальной точки заданной рамки сканирования. По завершении процедуры надписи кнопок снова приобретают чёрный цвет.

Перед запуском следующей процедуры «**Z app**» надо проконтролировать измеряемое состояние Z координаты сканера, выводимое во второй сверху строчке окна (см. рис. 11) управления микроскопом – среднее значение в нанометрах и среднеквадратичное отклонение в ангстремах. Так как игла ещё далеко от образца, среднее значение должно быть близко к максимальному значению отклонения сканера по Z, т.е. в районе 900 – 999 нм для микроскопа со сканером, имеющим 2 мкм по Z, т.е. плюс-минус 1 мкм. Знак среднего значения должен быть «минус» по следующей причине.

Система поддержания заданного значения сигнала (в случае СТМ-туннельного тока) поднимает до максимума сканером образец к игле, причём и когда игла просто далеко (только установлена), и когда в той точке образца, над которой находится игла – глубокая яма с недостижимым для диапазона сканера дном. А яме с точки зрения рельефа образца должен соответствовать «минус».

В случае если среднее значение Z сканера – другое, например максимальное, но положительное, « Z arrg» делать не надо, надо сначала разобраться и устранить это. В большинстве случаев это из-за того, что игла при предварительном опускании её винтом каретки всё-таки «въехала» в образец, но это не видно глазом. В этом случае система поддержания заданного значения СТМ-туннельного тока опускает до максимума образец, пытаясь отвести его от иглы. Тогда надо снять СТМ-столик, предварительно вынув разъем, чтобы не порвать и не растянуть проволоку-пружинку. В большинстве случаев при этом Z сканера становится равной «минус максимум» – тогда надо обрезать въехавшую иглу и установить столик с иглой заново.

Если же при снятии столика значение Z сканера не становится равным «минус максимум», можно попытаться избавиться от этого переустановкой величины тока поддержания « I_0 » на 4 нА, а, если она уже стоит на 4 нА, установить на 5 нА.

Среднеквадратичное отклонение Z сканера в нормальной ситуации, когда среднее значение при неподведённой игле равно «минус максимум», должно быть очень малым, 0,3 – 0,6 Å. Это шум системы измерения, сканер на самом деле полностью вытянулся наверх и ждёт иглу. Можно нажимать кнопку « Z arrg». При этом от микроскопа начнёт доноситься «стрекотание», а курсор примет вид «песочных часов», что говорит о необходимости подождать окончания процесса подвода иглы. Одновременно с опусканием иглы сканер опускает и образец. В процессе опускания иглы независимо от неё работает система поддержания заданного значения туннельного тока. Это продолжается до тех пор, пока сканер не зависнет на определённой Z -координате.

Об окончании этого процесса свидетельствует короткий звуковой сигнал высокого тона (сигнал остановки иглы) и приобретение курсором своего обычного вида.

Среднее значение Z -координаты сканера после подвода должно находиться около «-200 nm» – «-500 nm» (см. рис. 11). Игла «доез-

жает» до этих значений Z -координат сканера, чтобы потом при сканировании у сканера была бы возможность подачи образца вверх и вниз при проходе иглой ям и бугров на рельефе образца. При необходимости можно ещё «доехать» (кнопка «Step», «+») или «отъехать» (кнопка «Step», «-») иглой, скорректировав таким образом Z -координату сканера до начала сканирования. Например, если известно, что на образце будут редкие поры глубиной почти на весь диапазон Z сканера на гладкой поверхности, сканеру лучше иметь больше запас по подъёму образца, чем по опусканию, чтобы сканер мог поднять образец к игле, когда она будет в поре при сканировании. Тогда нужно сделать несколько раз «Step», «+» и добиться чтобы Z -координата сканера была в районе «+600 nm» – «+700 nm», оставив только совсем небольшой запас на поднятие сканера для опускания образца на небольших буграх или из-за небольшого общего наклона образца.

Среднеквадратичное отклонение на индикаторе Z сканера после подвода будет показывать фактически разрешение (шум) по Z , с которым можно будет снять в дальнейшем кадр. Величина среднеквадратичного отклонения зависит и от внешних факторов (вибрация, звуковой шум, электромагнитные наводки, сильный термодрейф из-за попадания на микроскоп потоков воздуха), и от качества иглы (на «въезженной» игле перескоки тока между остриями), и от качества образца (оксиды добавляют шум), и от параметров в окне управления микроскопом (неоптимальные значения быстродействия системы поддержания заданного сигнала Tau , значения тока I_0 и напряжения U). Вывод этого среднеквадратичного отклонения позволяет получить информацию о будущем разрешении кадра до сканирования и позволяет настроить условия сканирования до его запуска. Например, можно обновить иглу, назначить оптимальные параметры Tau , U (мВ) и I_t (нА) (на сканере 16/16 мкм это $Tau = 88$ мс, U (мВ) = 200 и I_t (нА) = 4, а на сканере 40/40 мкм это $Tau = 132$ мс, U (мВ) = 200 и I_t (нА) = 4).

Значение туннельного тока I_t (нА) после успешного подвода иглы из-за работы системы поддержания заданного сигнала (в случае СТМ-туннельного тока) будет показывать значение реального тока, немного увеличенного из-за начального смещения предусилителя (видно при неподведённой игле), а также с некоторым шумом или разбросом, который тем больше, чем хуже условия поддержания туннельного тока. В идеале среднее значение туннельного тока

$I_t(nA)$ после приближения должно быть равным значению назначенного тока I_0 с точностью около 10 – 20 %, а его среднеквадратичное значение – примерно в 10 раз меньше среднего. Такая идеальная ситуация наблюдается на образце из золота или покрытых толстой (более 0,5 мкм) плёнкой золота, при хорошо срезанной платиновой игле, при закрытой крышке микроскопа, малых внешних вибрациях и оптимальной настройке Tau , $U(мВ)$ и $I_t(nA)$. Чем хуже проводимость образца, или хуже игла, тем больше будет среднеквадратичное отклонение $I_t(nA)$ и больше будут флуктуации среднего значения $I_t(nA)$. Однако так как при отклонении $I_t(nA)$ даже в 10 раз (на 1000 %) величина туннельного зазора отклоняется всего на 0,1 нм, главным показателем возможного разрешения остаётся значение среднеквадратичного отклонения $Z(нм)$. Кадры приемлемого качества могут сниматься, даже если туннельный ток $I_t(nA)$ отличается от заданного значения I_0 в десять раз.

Шаги «Step» коррекции Z-координаты сканера можно уменьшить (в 3 – 5 раз), если щелкать по кнопкам «+» и «-» при предварительно нажатой и удерживаемой правой кнопке мыши. Шаги и при приближении иглы «Z appg», и при коррекции шагами «Step» автоматически становятся ещё мельче (примерно в 20 раз), когда включается *режим низковольтного управления сканером по Z* – при отмене выбора галочки на кнопке «Z». Но при низковольтном управлении по Z после подвода надо принимать особые меры – как можно быстрее начинать сканирование после подвода и сканировать как можно меньше времени, чтобы сканер не вышел за диапазон Z из-за термодрейфа механической конструкции микроскопа.

Алгоритм подвода «Z appg» может остановиться, не достигнув образца. Это может происходить по нескольким следующим причинам. Если СТМ-игла была установлена далеко от образца, более 0,5 – 1 мм, алгоритм подвода, проработав некоторое время, на всякий случай останавливается с подачей длинного звукового сигнала высокого тона. Если, сняв крышку и проконтролировав зрительно, будет видно, что игла действительно просто не «доехала» до образца, надо просто запустить подвод «Z appg» ещё раз.

В случае, если и второй, и третий запуск подвода «Z appg» не приводят к подводу (нет короткого сигнала), надо снова открыть крышку микроскопа и посмотреть, далеко ли игла от образца. Она может быть ещё далеко, если перед установкой СТМ-столика не было сделано «парковки», т.е. отвода ползуна в крайнее верхнее

положение, или при предварительном подводе иглы винтом каретки из-за усилия надавливания на винт ползун соскользнул вниз.

Отсутствие проводимости на образце является ещё одним вариантом, когда алгоритм подвода «Z arrg» может остановиться, дав длинный звуковой сигнал высокого тона – при этом игла «въедет», вполне вероятно даже согнётся, но туннельного тока не будет. Иглу после такого случая надо без всяких сомнений обновить.

При подводе есть ещё одна опасность. СТМ-столик стоит плоскими полированными направляющими на шариках, и он может съезжать вбок при подводе, так как ползун при подводе трясётся. При этом столик и игла съезжают от того места на образце, на которое были прицелены. Поэтому желательно осуществлять подвод как можно с меньшего расстояния, чтобы за время подвода столик не смог существенно съехать.

3. ПОЛУЧЕНИЕ ИЗОБРАЖЕНИЯ

3.1. Сканирование кадра и настройка параметров сканирования

После успешного подвода можно нажимать кнопку «Scan». При этом появляется новое 2D-окно с серым кадром, равным по размеру назначенной рамке сканирования. Индикатор Z сканера в окне управления микроскопом («SMM-2000N Control Panel») через небольшое время (время сканирования одной строчки кадра) меняет вид. Там перестаёт отражаться среднееквадратичное отклонение, и выводится только одно число – средняя величина координаты Z сканера от всех точек измерения по выполненной одной строчке сканирования. Несмотря на то, что в этом индикаторе числа меняются, в 2D-окне некоторое время ничего не появляется. Так сделано специально – система поддержания постоянного сигнала (в СТМ-режима – туннельного тока) прирабатывается к характеру поверхности образца. После сканирования первой строчки сначала вычисляется полный разброс высот в этой строчке. Минимальному значению Z в строчке присваивается чёрный цвет, максимальному – белый цвет, а на все остальные значения Z равномерно распределяются все серые градации чёрно-белой палитры из 256 градаций.

По мере появления кадра за счёт последовательного выброса строчек в 2D-окно распределение палитры по высотам Z рельефа сохраняется по максимуму-минимуму в первой строчке. Поэтому все высоты рельефа, ниже минимальной точки рельефа в первой строч-

ке, отображаются чёрным цветом, а все высоты рельефа, выше максимальной точки рельефа в первой строчке, отображаются белым цветом, из-за чего рассмотреть эти области высот невозможно.

Для нормализации зрительного восприятия последующего кадра есть несколько возможностей. При нажатии на **кнопку «Палитра»** (красно-зелёно-синюю кнопку в окне управления) палитра растягивается под весь разброс высот отсканированной части кадра, и кадр в 2D-окне перерисовывается. Чёрный цвет приходится только на самую нижнюю точку, а белый – только на самую высокую точку отсканированной части кадра. На все высоты кадра приходится градации палитры, поэтому они все видны. Однако такое изображение может быть не совсем контрастным. На рельефе могут быть несколько террас, на каждую из которых приходится только часть палитры, а не все градации цвета палитры от чёрного до белого, поэтому объекты на каждой террасе просматриваются плохо из-за плохого контраста. Кроме того, на кадре бывают не соответствующие рельефу высокие выбросы, которые отбирают на себя значительную часть палитры светлых градаций, и весь остальной рельеф выглядит тёмным.

Для эффективного контрастирования необходимых участков рельефа в 2D-окне есть **кнопка «Мольберт»** для настройки палитры по выделенному участку (крайняя правая кнопка желтого цвета с буквой «А» между синей и красной полосками) в нижнем левом ряду кнопок. Этой кнопкой (как и другими) можно пользоваться и в процессе сканирования. Щёлкнув на ней, надо подождать, когда закончится текущая строчка сканирования. Только после этого, для того чтобы не прерывать процесс сканирования во избежание сбоев и сдвигов, отработается щелчок по кнопке и курсор в 2D-окне примет вид «Мольберта» с указателем в левом верхнем углу. После этого надо выбрать ту прямоугольную область на кадре, которую хочется рассмотреть лучше, нажать на правую кнопку мыши в одном углу этой области, и, удерживая курсор, растянуть образующуюся рамку до противоположного угла области. При этом необходимо дожидаться, пока досканируется очередная строчка и прорисовется выбранная рамка, после чего надо отпустить кнопку мыши и дожидаться, когда кадр в 2D-окне перерисовывается в новом назначении палитры по разбросу высот в выделенной области. Чёрному цвету на кадре будут соответствовать все высоты, равные и ниже нижней высоты в выбранной области, а белому цвету – все высоты, равные и

выше верхней высоты в выбранной области. При этом все градации палитры придутся на выбранную область, и она будет хорошо смотреться. Если требуется рассмотреть другую область, можно назначить другую рамку и т.д. Если необходимо вернуть распределение палитры на разброс высот по всему кадру, можно либо выбрать рамку почти по всему кадру, либо щёлкнуть на кнопку «Палитра» в окне управления микроскопом, либо сделать тройной щелчок курсором-«Мольбертом» на кадре. После пользования курсором-«Мольбертом» его необходимо вернуть в нормальный вид, снова щёлкнув им на кнопке настройки палитры по выделенному участку.

При сканировании допускается и активно используется изменение различных параметров сканирования с целью получения наилучшего отображения кадра. К параметрам, которые можно настраивать в процессе сканирования, относятся следующие параметры:

- параметры режима: для СТМ – $I0(\text{нА})$ (величина и шкала) и U (знак и величина), для АСМ – $F0$ (только величина);
- функции обработки кадра при сканировании: кнопки «М», «S», «Т»;
- шаги иглой «Step», «+» и «-»;
- параметры сканирования: «Step», «V», «Delay», «Meas»;
- быстрое действие обратной связи: «Tau» с кнопкой «Fast».

В первую очередь обычно настраиваются те параметры настройки режима СТМ, которые устанавливались до сканирования: $I0(\text{нА})$ (величина и шкала) и U (знак и величина). При каждом щелчке мышкой на кнопке какого-то параметра надо подождать, так как параметр изменится только при окончании сканирования очередной строчки, а увидеть, как изменение параметра отразилось на кадре, можно только после получения нескольких строчек кадра. Из-за этого рекомендуется на новом образце сначала запустить сканирование небольшого по размеру кадра (например, $0,5/0,5$ мкм на микроскопе с полем $16/16$ мкм) с небольшим количеством точек (например, $200/200$).

Одни из наиболее часто встречаемых искажений при сканировании в СТМ-режиме – это выбросы (белые полосы) вдоль строчек сканирования. Они происходят, например, при назначении большого тока для плохопроводящей поверхности, из-за чего игла для достижения заданного тока начинает «въезжать» в образец, ломаться и цеплять на себя частички в одних местах и сбрасывать их в других

местах, что приводит к выбросам. Назначение меньшего тока может исключить эти выбросы.

В зависимости от кадров можно включать или отключать *функции математической обработки кадра* в процессе сканирования. Это – кнопки «М», «S» и «Т» в окне управления.

Кнопка **«М» (Median)** управляет включением *медианной фильтрации* вдоль каждой строчки кадра, производящейся скользящей маской из трёх значений после сканирования строчки. В 2D-окно отображается уже результат фильтрации. Медианная фильтрация устраняет случайные выбросы Z . Включать эту фильтрацию надо тогда, когда на кадре видны точечные выбросы (импульсный шум), прошедшие через фильтрацию, производящуюся при вычислениях Z по количеству Meas измерений Z в каждой точке.

Кнопка **«S» (Step)** устраняет изменение «средней высоты зависания» строчек кадра. Значительное отличие из-за этого может быть только в двух случаях – если идёт общий подъём/спуск рельефа образца поперёк строчек сканирования, или если под текущую строчку сканирования попался высокий/низкий объект (частица или пора) с резкой границей (рис. 13).

В случае общего наклона (подъёма/спуска) рельефа образца поперёк строчек сканирования устранение изменения «средней высоты зависания» строчек кадра оказывает полезную услугу, фактически устраняя этот наклон. Это полезно, так как при устранении общего наклона на объекты, находящиеся на этом склоне, приходится больше градаций палитры, и они хорошо просматриваются.

Бывает, что наклон рельефа образца поперёк строчек сканирования очень значителен. При этом при включённой кнопке «S» (Step), наблюдая за изменением $Z(nm)$ средней высоты в строчке сканирования, в случае её подхода к какому-то краю диапазона сканера можно нажать на кнопку «Step» («+» или «-») подвода или отвода иглы. На «Step», «+» (подвод иглы) надо нажать, если рельеф спускается вниз и $Z(nm)$ подходит к «минус максимуму», а на «Step», «-» (отвод иглы) – если рельеф поднимается вверх и $Z(nm)$ подходит к «плюс максимуму». При этом игла после очередной строчки делает шаг, координата $Z(nm)$ отходит от того края диапазона, к которому приближалась, и у сканера образуется резерв для сканирования наклона образца ещё на какое-то время, после чего нажатие на «Step» («+» или «-») можно повторить. Из-за включённой кнопкой «S» (Step) алгоритма устранения измене-

ния «средней высоты зависания» строчек кадр остаётся неразорванным скачками иглы, несмотря на то, что после каждого скачка средняя высота Z скачком меняется из-за изменения высоты зависания иглы. Таким образом, иногда удаётся снимать кадры, разброс высот в которых в несколько раз превышает диапазон Z сканера (2 мкм).

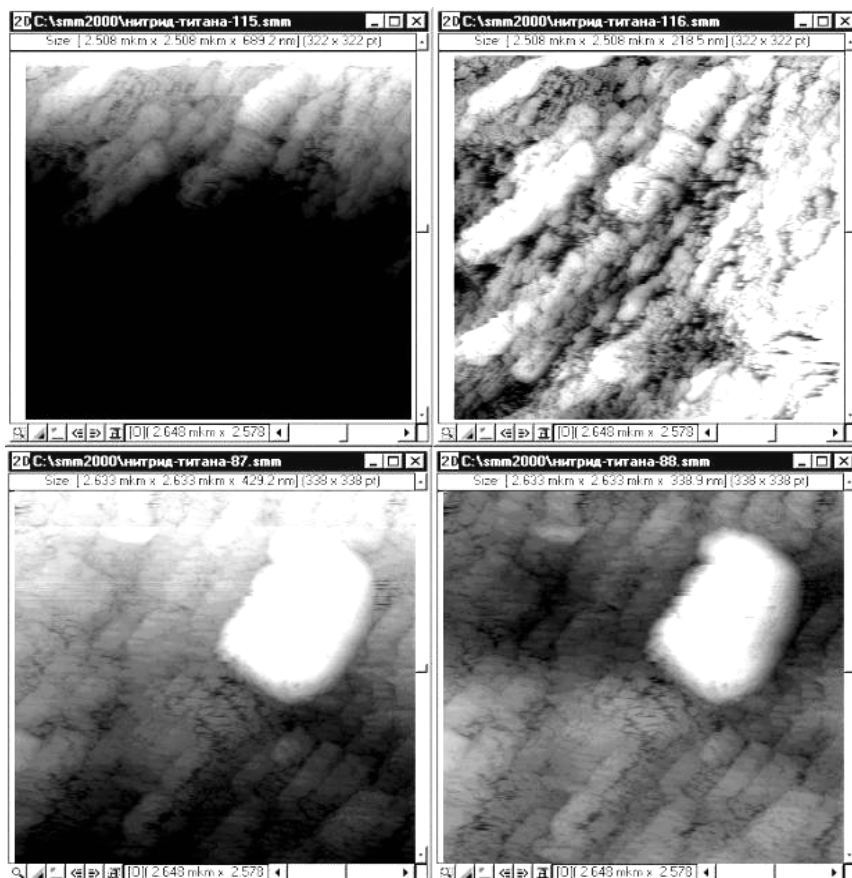


Рис. 13. Кадры, снятые без кнопки «S» (слева) и с кнопкой «S» (справа): полезная работа кнопки «S» по устранению наклона, перпендикулярного к линиям сканирования, и по устранению переключения иглы (верхние кадры); искажение кадра кнопкой «S» из-за дополнительного опускания тех строчек кадра, на которых попался крупный одиночный объект (нижние кадры)

Включение кнопкой «S» (Step) алгоритма устранения изменения «средней высоты зависания» строчек кадра хорошо помогает при работе с окисленным образцом, или с образцом, имеющим в некоторых местах диэлектрические объекты толщиной более 10 – 15 нм. Игла, на какой-то строчке кадра попавшая в такие области, изгибается, откалывает часть кончика или сбрасывает прилипшие частички из-за «въезжания» с целью поддержания заданного тока в толстый диэлектрик и, таким образом, меняет свою длину. Если не включена кнопка «S» (Step), после этого события следующая часть строчки и следующие строчки кадров немного меняют тон, становясь более чёрными, так как из-за укорочения иглы та же высота рельефа достигается иглой с её дополнительным опусканием, как будто рельеф провалился. При включённой кнопке «S» (Step) чёрная полоска остаётся только на той строчке, где произошло укорочение иглы.

Аналогично, кнопка «S» (Step) помогает, когда игла удлиняется, цепляя на себя проводящие ток частички, иногда находящиеся на образце в незакреплённом состоянии и прыгающие на иглу при её приближении из-за электрического поля между иглой и образцом (атомы графита, наночастицы, нанотрубки), или из-за «въезжания» иглы в диэлектрические включения на образце. Тогда при включённой кнопке «S» (Step) на кадре остаётся только белая полоска на той строчке, где произошло удлинение иглы (эквивалентное резкому поднятию образца), остальные же строчки кадра опушены и будут выглядеть в том же тоне, что и до удлинения иглы.

Кнопка «T» (Tilt) устраняет наклон вдоль строчек сканирования. В большинстве случаев алгоритм этой кнопки работает с большой пользой, так как уменьшает разброс высот в кадре на долю, связанную с наклоном. При этом на сами объекты, лежащие на наклонном участке, перераспределяется вся палитра от чёрного до белого цвета, и они хорошо просматриваются при сканировании (рис. 14).

Однако, как и в случае алгоритма кнопки «S» (Step), попадание выдающегося по высоте объекта на краю строчки сканирования (в начале или в конце) приводит к его искажению.

Параметры сканирования «Step», «V», «Delay», «Meas» и быстроедействие обратной связи «Tau» с кнопкой «Fast» влияют как на качество сканирования, так и на скорость сканирования. Их обычно настраивают на каждом образце, на каждом размере кадра, и ино-

гда даже на каждом кадре так, чтобы кадр снимался оптимально – максимально быстро, но не в ущерб качеству.

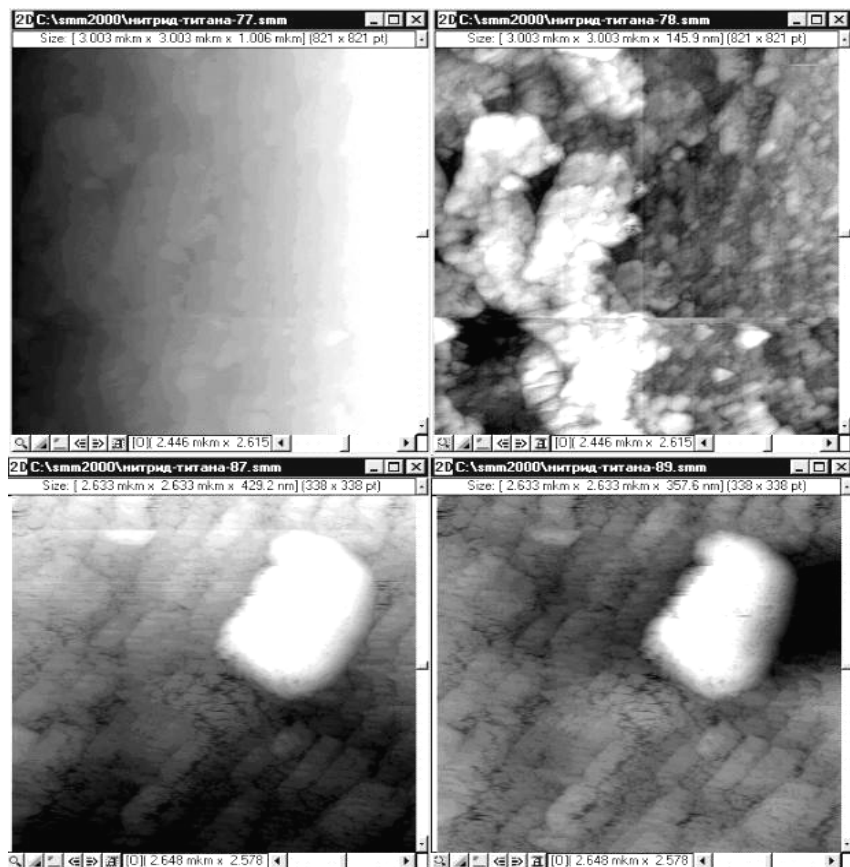


Рис. 14. Кадры, снятые без включения кнопки «Т» (слева) и с включённой кнопкой «Т» (справа): полезная работа кнопки «Т» по устранению наклона вдоль линий сканирования (верхние кадры); дополнительное искажение кадра кнопкой «Т» из-за дополнительного опускания строчек кадра, на которых попался крупный одиночный объект (нижние кадры, сняты при одновременном включении кнопок «Т» и «S»)

В первую очередь из этой группы параметров необходимо настроить **параметр «Тау»**, т.е. быстродействие системы поддержания постоянного сигнала (в случае СТМ-туннельного тока). Его настраивают, уменьшая по одному шагу и отслеживая строчки кадра. При

каком-то очередном уменьшении строчка кадра будет рисоваться очень контрастно, только белым и чёрным цветами, без градаций серости (рис. 15).

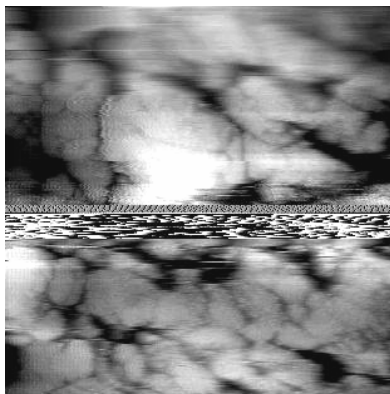


Рис. 15. Настройка параметра «Тай» по кадру – от большого значения, не отслеживающего рельеф (374 мс) до оптимального (66 мс) к середине кадра, далее до возникновения небольшой (22 мс) и сильной (5 мс) генерации на середине кадра, и далее снова возврат к оптимуму (66 мс)

Это состояние возбуждения системы поддержания постоянного сигнала. По достижении этого состояния необходимо увеличить параметр «Тай» на один, или для запаса на два шага в сторону увеличения. Это будет *оптимальное быстроедействие* (максимальное, но без ухудшения качества поддержания сигнала) для заданных параметров режима и для данного образца и иглы.

Если при уменьшении параметра «Тай» при выключенной кнопке «Fast» дальше параметр «Тай» не уменьшается (22 мс), то надо быстрой серией нажатий увеличить его до максимума, включить кнопку «Fast» (делитель на 22), и дальше уменьшать параметр «Тай» по шагам при включенной кнопке «Fast». Если же, наоборот, при увеличении параметра «Тай» при включенной кнопке «Fast» дальше параметр «Тай» не увеличивается (32 мс), то надо выключить кнопку «Fast», уменьшить параметр «Тай» серией шагов до нужного значения, и продолжать увеличение параметра «Тай» по шагам при выключенной кнопке «Fast».

После настройки параметра «Тау» настраивают **скорость сканирования «V»**. Её увеличивают и следят за качеством прорисовки кадра. Чаще всего на какой-то скорости сканирования начинается сглаживание рельефа, он начинает прорисовываться менее чётко. Это значит, что при данной скорости сканирования быстродействия системы поддержания заданного сигнала уже не хватает, чтобы успевать за всеми неровностями на образце. По достижении такого ухудшения прорисовки кадра необходимо на один или для запаса на два шага уменьшить скорость сканирования «V».

При нахождении оптимальной скорости можно также ориентироваться на значение числа, выводящегося справа от кнопки «Fast». Это число в общем смысле представляет собой число бугров синусоидальной формы высотой в полный диапазон сканера по Z, которое будет оптимально прорисовываться при заданном размере кадра на заданной скорости «V» и заданном быстродействии системы поддержания сигнала «Тау».

Если на поверхности имеется большее количество таких бугров, они будут искажаться при прорисовке, а игла из-за превышения скорости над быстродействием системы поддержания сигнала может «въезжать» в образец. При этом если видим по кадру, что текущий размах высот в какое-то количество раз меньше полного размаха, то тогда должны знать, что количество оптимально прорисовываемых бугров тоже будет больше в это же количество раз. Например, если кадр по Z имеет разброс 200 нм, сканер имеет диапазон 2 мкм, а число справа от «Fast» имеет значение 5, то должны знать, что таких бугров, какие у нас в данном случае, оптимально можно описать до 50 шт., приходящихся вдоль одной строчки сканирования. Если при этом видим, что таких бугров у нас всего 10, а не 50, можно увеличивать скорость примерно в 5 раз, пока число справа от «Fast» не примет значение 1. Чтобы узнать об изменениях разброса Z в кадре по ходу сканирования, надо либо нажать на кнопку «Палитра», либо растянуть рамку 2D-окна – тогда программа заново переберёт все точки кадра, найдёт максимальное и минимальное значения и размах между ними запишет в верхнюю строчку с размером кадра («Size») в 2D-окне.

Если путь увеличения скорости кнопками рядом с параметром «V» исчерпан, но вид кадра никак не ухудшился, надо сначала уменьшить скорость обратно примерно в 2 раза кнопками рядом с

параметром «V» и затем увеличить на один шаг (в 2 раза) величину элементарного шага сканирования «Step». При этом скорость увеличится в 2 раза. Диапазон её увеличения также повысится в 2 раза, поэтому после этого можно пробовать увеличивать скорость кнопками рядом с параметром «V».

Последняя настройка в процессе сканирования – настройка **параметров «Delay» и «Meas»**, не сильно влияющих на быстроту снятия кадра. Настройка производится только по внешнему виду кадра. Параметр «Delay» – задержка перед точкой измерения – должен быть тем больше, чем больше размах поверхности по Z. Обычно его назначают на уровне 50 мкс и, уменьшая, следят, чтобы прорисовка границ зёрен или других объектов на кадре была почётче. Параметр «Meas» – число измерений в точке, его назначают тем больше, чем больше видны вибрации или шумы на кадре – для их фильтрации.

Изменение всех вышеперечисленных параметров можно осуществлять как при обычном сканировании, так и в **специальных режимах сканирования**, включаемых до сканирования или в течение сканирования кнопками « - » и « . », расположенными справа от кнопок «M», «S» и «T». При включении **кнопки « - »** сканирование физически циклически продолжается друг за другом только по последней строчке, перехода на следующую строчку не производится. Но каждое следующее сканирование этой строчки отображается на следующую строчку прорисовываемого кадра. Таким образом, в кадре при идеальном повторении иглою рельефа должны быть прорисованы одинаковые строчки, что будет видно как строго вертикальные полосы. Смещение или шум этих полос будет свидетельствовать о неоднозначной прорисовке строчки при прохождении её иглой от раза к разу. Еще одна возможность для настройки – **кнопка « . »**. При её включении сканирование физически прекращается, игла зависает в начале строчки, следующей после нажатия кнопки « . ». Весь кадр при этом продолжает заполняться сигналом Z от зависшей в одной точке иглы, т.е. шумом и вибрацией координаты Z.

При окончании сканирования кадра, а также при остановке сканирования кнопкой «Stop» происходит обязательный перерасчёт палитры – она растягивается на весь диапазон от минимума до максимума во всём кадре, и при этом становятся видны все объекты.

При остановке сканирования кнопкой «Stop» недосканированной области приписывается средняя высота отсканированного участка, поэтому недосканированная область выглядит серым цветом. Обычно эту недосканированную область отрезают, выбирая только нужный отсканированный участок **кнопкой «Cut»** (курсор становится типа «ножницы») главного меню программы.

Если нужно контрастировать палитру, можно воспользоваться, так же как и при сканировании, кнопкой «Мольберт» для настройки палитры по выделенному участку.

Ещё две кнопки в нижнем левом ряду кнопок 2D-окна (четвёртая и пятая слева направо) управляют быстрым перебором находящихся в файле палитр 20 разновидностей, заранее формирующихся на свой вкус оператором с помощью **опции «Palette Edit»** главного меню программы. При переключении палитр этими кнопками номер текущей палитры отображается в скобках справа от кнопок перебора палитр перед отображаемым размером 2D-окна. Для того чтобы оператор не смог при создании новых палитр (в опции «Palette Edit») случайно уничтожить наиболее применяемую чёрно-белую палитру, она всегда имеется ещё и отдельно от этих 20 палитр и обозначается номером «G».

Кнопка «Stop» может остановить не только сканирование (Scan), но все и другие процессы, стартуемые из окна управления микроскопом, в том числе «XY-move», «Z appr», «Step», «Back Z», «Park Z», а также «XY» и «Z» (переключение с высоковольтного управления сканером по XY или Z на низковольтное и обратно).

3.2. Изменение размера кадра

По окончании сканирования одного кадра оператор обычно переходит к сканированию следующего кадра. Если нужно получить более обзорный кадр (большого размера), надо кнопкой «Лупа» в 2D-окне соответственно изменить отсканированный кадр, сделать курсор нормальным, назначить новую рамку, сделать XY-move, проследить за Z(nm) и при необходимости откорректировать кнопками «Step», а затем начать новое сканирование кнопкой «Scan».

Если на полученном кадре (рис. 16) есть необходимость рассмотреть мелкие объекты, обычно переходят на следующее увеличение. Затем следует сделать курсор нормальным, назначить новую рамку, сделать XY-move, проследить за Z(nm) и откорректировать

кнопками «Step», если необходимо, и наконец, начать сканирование кнопкой «Scan».

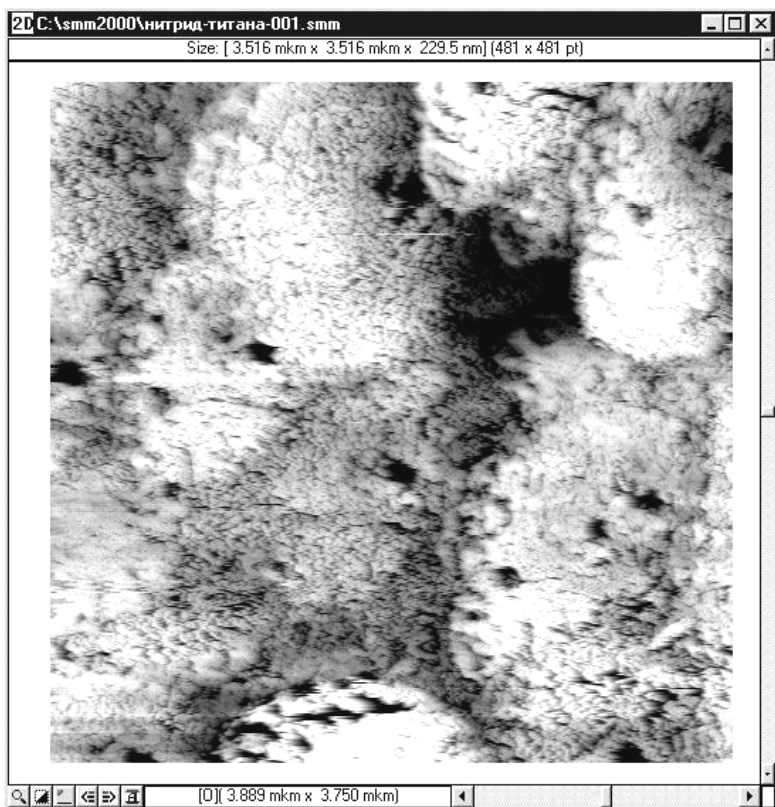


Рис. 16. Кадр плёнки TiN, на котором надо рассмотреть пору чуть ниже центра

Предусмотрены цифровые увеличения в 2, 4, максимум в 8 раз. В случае если не включена интерполяция (вторая кнопка в 2D-окне имеет только чёрную и белую градации), каждая снятая точка сканированного изображения отображается на квадрат размером 8/8 или более. Каждый такой большой квадрат зрительно воспринимается отдельно от других, кадр пестрит и не воспринимается как целое (рис. 17).

Если же *интерполяция* включена (вторая кнопка в 2D-окне имеет несколько градаций серости), то изображение не пестрит, но ему не хватает резкости (рис. 18).



Рис. 17. Увеличенная пора из кадра на рис. 16, без интерполяции

Поэтому для того чтобы кадр с таким увеличением был более качественным, сверху по нему назначают новую рамку сканирования и производят сканирование. Так как при этом на тот же физический размер объектов приходится снова столько же точек, сколько на дисплее, вновь отсканированная часть предыдущего кадра становится новым хорошим кадром (рис. 19). Часто для сравнения кадров с разных мест образа или с разных образцов требуется снять кадры равного размера. Такая возможность предусмотрена. Если на кадре при включенном окне управления микроскопом сделать тройной щелчок левой клавишей мыши (без перемещения мыши между щелчками), то возникнет рамка сканирования, равная рамке открытого в 2D-окне кадра.

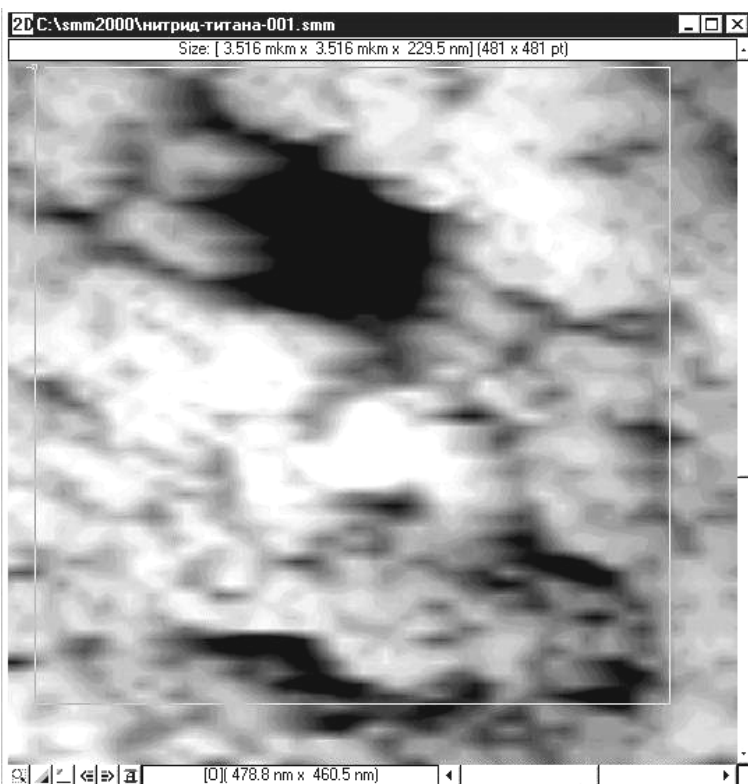


Рис. 18. Увеличенная пора из кадра на рис. 21, с интерполяцией

После одного успешного сканирования, назначения другой рамки сканирования и выполнения операции XY-move при нахождении координаты Z сканера *желательно подождать некоторое время до старта сканирования*. Это может быть время от нескольких секунд до 2 – 3 мин (чем больше размер кадра, тем больше и время ожидания). Необходимость ожидания диктуется наличием у пьезокерамики так называемого «крип-эффекта», который характеризуется определённым процентом «недоезда» (2 – 3 %) от всего положенного перемещения. Если не ждать время, необходимое для ухода от «крип-эффекта», процесс «доезжания» сканера будет накладываться на процесс сканирования, и в начале кадра будут характерные искривления.

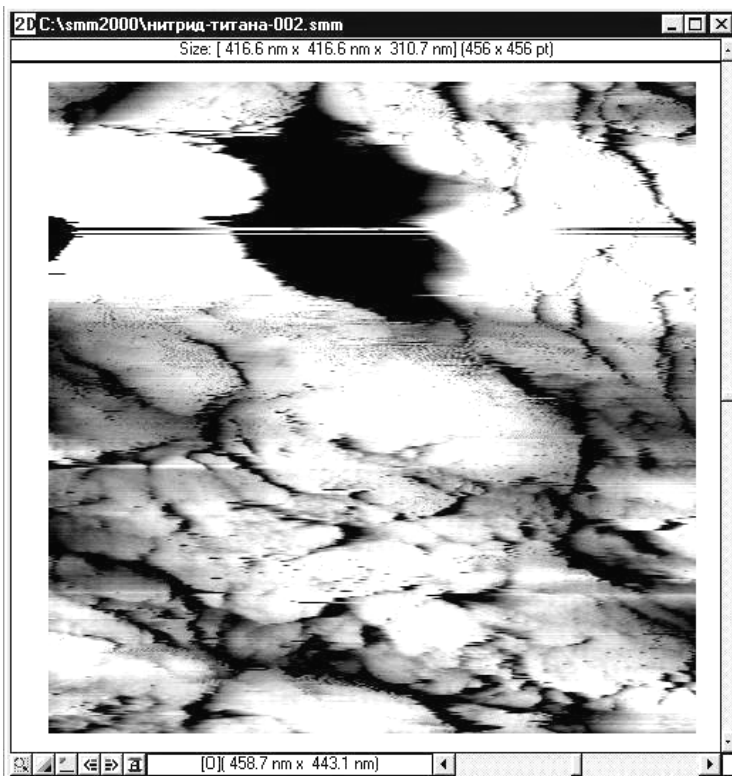


Рис. 19. Более подробный кадр поры, полученный по рамке кадра на рис. 18 (посередине поры горизонтальная полоса от удара иглы об оксид на краю поры)

3.3. Сканирование с перезапуском и вторым кадром

Для того чтобы дополнительно удостовериться в истинности объектов, прорисованных на кадре, можно, например, перезапустить сканирование кнопкой «Scan» после окончания сканирования кадра без выбора новой рамки и после получения нового кадра сравнить его с предыдущим. Второй кадр должен быть похож на первый в том смысле, что объекты, которые просматривались на первом кадре, должны быть видны и на втором. Однако он обычно имеет и некоторые *допустимые отличия* от первого кадра.

К первому допустимому отличию относится то, что второй кадр может иметь другие значения максимума и минимума Z , палитра в нём будет приходиться на другой диапазон высот, и одни и те же

объекты в двух кадрах будут иметь разные оттенки серости – в одном кадре они будут светлее, чем в другом.

Второе допустимое отличие – это отличие месторасположения объектов во втором кадре относительно их месторасположения в первом кадре. Это происходит из-за ХУ-термодрейфа конструкции микроскопа, и заметно тем больше, чем больше увеличение. Из-за термодрейфа в кадр попадают области образца с другими высотами, что является причиной для изменения диапазона высот и распределения палитры. Термодрейф, как правило, несколько уменьшается при продолжении сканирования той же области путём перезапуска «Scan» из-за того, что микроскоп со временем равномернее прогревается от встроенной электроники.

Третье допустимое отличие – отсутствие на втором кадре некоторых объектов. Особенно часто это случается на запылённых или загрязнённых образцах. СТМ-игла при сканировании первого кадра разносит часть пылинок по сторонам кадра. Встречается это и на образцах, имеющих на поверхности незакреплённые частички исследуемого порошка.

Четвёртое допустимое отличие – некоторое отличие формы объектов при первом и втором сканировании. Это заметно на объектах в начале кадра и на больших увеличениях, и связано это с крип-эффектом (запаздыванием) пьезокерамики сканера. Величина крип-эффекта более заметна на больших увеличениях, а также на первом кадре.

Таким образом, как показано выше, на последующих повторно отсканированных кадрах по одной и той же рамке происходит улучшение кадра с каждым сканированием. Чтобы оператору не приходилось стартовать каждое сканирование отдельно, имеется **кнопка «Autoscan»**. Если нажатием этой кнопки установить в ней галочку до старта сканирования или в течение сканирования до его окончания, при окончании сканирования кадра начнётся сканирование по той же рамке. Новый кадр будет прорисовываться поверх предыдущего кадра без открытия нового 2D-окна. На третьем, четвёртом и далее кадрах иногда сканирование столь точно повторяет предыдущий кадр, что место, где поверх старого кадра рисуется новый, даже не просматривается. Когда какой-то по счёту кадр будет приемлемого качества, можно в процессе сканирования отключить кнопку «Autoscan», тогда кадр досканируется до конца, сканирование прекратится и повторного старта не будет. Если не-

обходимо прекратить сканирование на каком-то кадре, можно нажать на кнопку «Stop», и сканирование тут же закончится.

Следует учесть, что при прорисовке каждого нового кадра поверх старого старый кадр в памяти не сохраняется. Для сохранения каждого кадра необходимо назначить галочку в **кнопке «Save each»**, тогда каждый кадр будет сохраняться под именем с автоматическим инкрементированием номера, но новый кадр по-прежнему будет рисоваться в том же 2D-окне поверх старого. При необходимости можно назначить принудительную ненулевую задержку перед началом нового кадра (Delay(s)).

3.4. Анализ изображений

Программное обеспечение микроскопа позволяет проводить различные виды *анализа изображений* (Фурье, полный морфологический, корреляционный, автокорреляционный, фрактальный, анализ параметров шероховатости, гистограмм высот и др.). Их описание находится во встроенной контекстно-зависимой функции Help. Пример их использования приведен в гл. 4.

3.5. Выход из режима сканирования и выключение

Чтобы выйти из режима сканирования для смены образца или иглы, а также для окончания работы за микроскопом вообще, необходимо предварительно отвести иглу от образца на безопасное расстояние. Для этого надо нажать на **кнопку «Back»**, дождаться когда она отработает (несколько секунд), и проконтролировать значение $Z(\text{nm})$. Если оно не достигло «минус максимума», необходимо ещё несколько раз нажать на кнопку «Back», пока $Z(\text{nm})$ не достигнет «минус максимума». После этого микроскоп можно выключить нажатием на правую верхнюю кнопку выключения «SMM-2000N Control Panel». При этом без выключения общей программы «Scan Master» выключается питание микроскопа. При выключении микроскопа программа ещё раз на всякий случай выполняет команду «Back», так что игла после выключения остаётся поднятой настолько, что можно безопасно и снимать столик, и оставлять его просто в этом же положении до следующего дня, не опасаясь, что из-за термодрейфов конструкции микроскопа игла за ночь может «въехать» в образец и повредиться.

4. ПРИМЕР ИССЛЕДОВАНИЯ МЕТОДОМ СКАНИРУЮЩЕЙ ТУННЕЛЬНОЙ МИКРОСКОПИИ: ПЛЕНКА ИЗ TiN

Сканирование проводилось со скоростью около 4 мкм/с и количеством усреднений в точке – 16. Чтобы получить достаточное для данного образца разрешение в 3 нм, выбрано поле в 1,5/1,5 мкм с количеством точек 518/518.

Первичный кадр представлен на рис. 20. Видно, что плёнка TiN состоит из чешуек, вытянутых в одном направлении. Кадр достаточно контрастный и не содержит значительных помех, а небольшие помехи не нуждаются в фильтрации. Представление кадра в трёхмерном виде (рис. 21) также контрастно выявило чешуйчатую структуру плёнки. Чешуйки имеют довольно гладкую поверхность. Пор в плёнке нитрида титана не обнаружено.

Size: [1.578 mkm x 1.578 mkm x 65.80 nm] (518 x 518 pt)

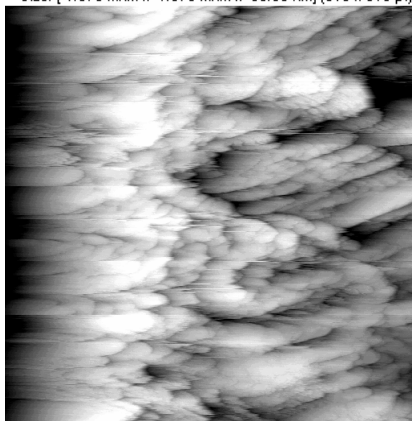


Рис. 20. Первичный кадр

Size: [1.578 mkm x 1.578 mkm x 61.98 nm] (518 x 518 pt)

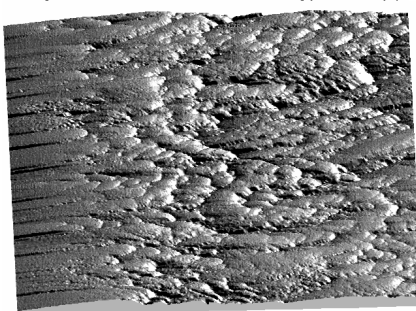


Рис. 21. Трёхмерный вид кадра

Вывод *профилей поверхности* (рис. 22), наблюдаемых на кадре, показал, что толщина чешуек составляет около 40 нм при их латеральных размерах около 500 нм. Средняя *шероховатость поверхности* плёнки нитрида титана (рис. 23) Ra составила около 5 нм.

Вывод об отсутствии гомогенности частиц дал *фрактальный анализ кадра* (рис. 24). График фрактального анализа имеет ярко выраженное различие в наклоне. Есть различия в развитости двух классов объектов. Мелкие нано­зёрна (наночастицы), из которых состоят чешуйки (5 – 40 нм), имеют развитую поверхность. Сами же чешуйки довольно гладкие.

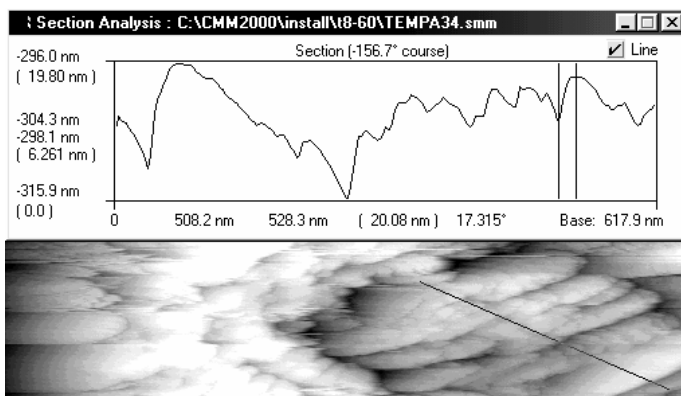


Рис. 22. Профиль сечения средних по размерам частиц (*Section Analysis*)

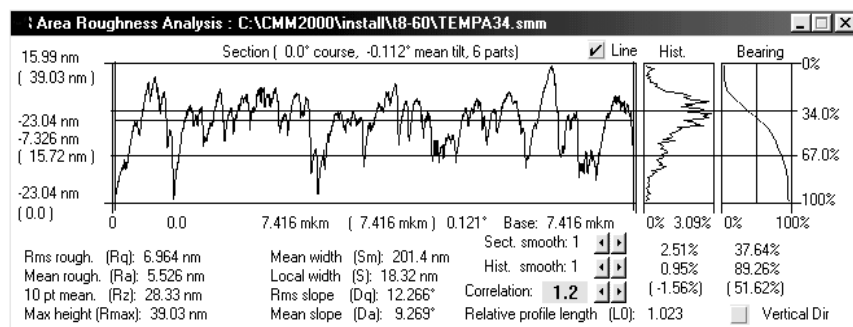


Рис. 23. Шероховатость поверхности по всему кадру (*Area Roughness Analysis*)

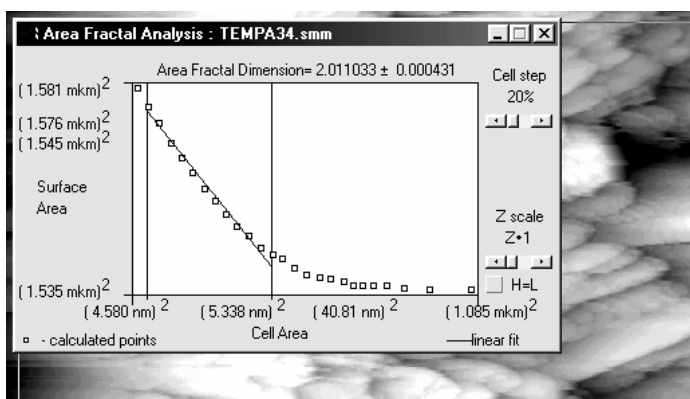


Рис. 24. Фрактальный анализ кадра (*Area Fractal Analysis*)

Морфологический анализ (рис. 25, 26) показал, что размеры нанозёрен (наночастиц), из которых состоят чешуйки, составляют от 30 до 100 нм. Выделяется также присутствие относительно больших нанозёрен с размером более 100 нм.

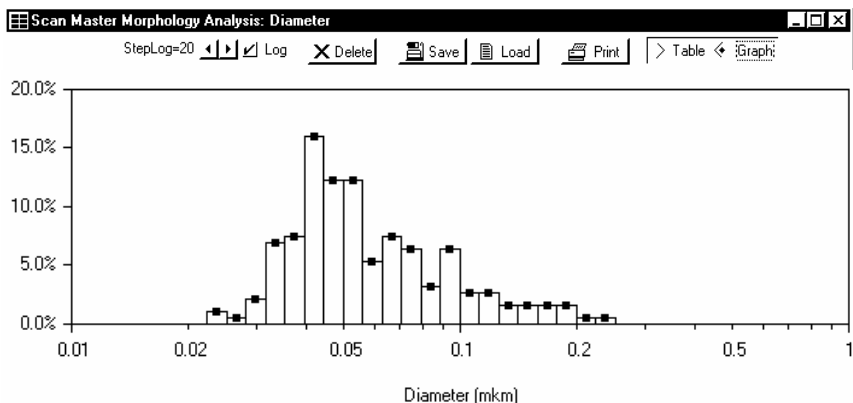


Рис. 25. Морфологический анализ кадра (*Morphology Analysis*) – дифференциальная кривая распределения частиц по размерам

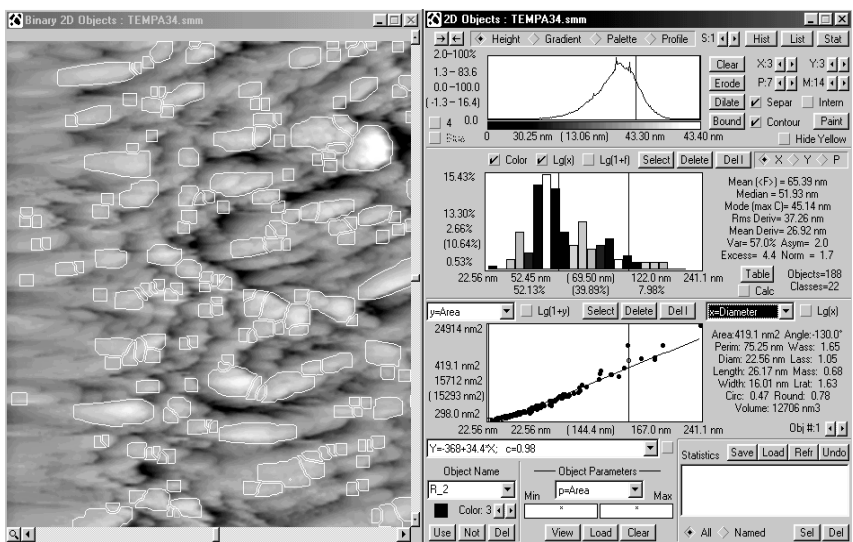


Рис. 26. Морфологический анализ кадра

5. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

1. Подготовить микроскоп к работе, для чего закрепить и обновить СТМ-иглу (если необходимо), закрепить образец, установить столик, включить и настроить СТМ-режим, выбрать область и параметры сканирования, подвести иглу к образцу.

2. Провести сканирование кадра и при необходимости оптимизировать качество изображения, изменяя параметры сканирования и проводя математическую обработку кадра. При оптимизации сохранять кадры в файлах (если есть существенные улучшения качества).

3. Изменением увеличения (размера кадра) и назначением новой рамки получить наиболее характерный и информативный 2D-кадр. Получить трёхмерный вид кадра.

4. Провести повторное сканирование без выбора новой рамки и после получения нового 2D-кадра сравнить его с предыдущим.

5. Вывести профиль наиболее характерного участка поверхности и определить ее шероховатость.

6. С учетом специфики образца провести морфологический, фрактальный и (или) другие виды анализа кадра. Выявить основные структурные объекты анализируемого образца, их распределение по размерам и другие морфологические характеристики.

7. Оформить отчет о работе, включающий сведения об образце, режимах сканирования, изображение наиболее характерного участка образца с демонстрацией влияния различных методов оптимизации кадра на качество изображения (если она проводилась), результаты проведенного математического анализа кадра, выводы с указанием выявленных основных структурно-фазовых составляющих анализируемого образца, их размеров и морфологических особенностей.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

Вопросы входного контроля

1. Что такое ток туннелирования и от чего он зависит?
2. Каков принцип работы туннельного микроскопа?
3. Перечислите основные технические характеристики и возможности микроскопа СММ-2000.
4. Что представляет собой СТМ-игла и каким образом она изготавливается?
5. Назовите основные этапы подготовки микроскопа к работе и получения изображения.

Вопросы выходного контроля

1. Какие образцы можно исследовать с помощью туннельного микроскопа? Какие требования предъявляются к рельефу поверхности образца?
2. Как можно улучшить качество изображения?
3. От каких параметров зависит скорость сканирования?
4. Для чего проводят сканирование с перезапуском и вторым кадром?
5. В чем заключается пьезоэффект и крип-эффект пьезокерамики? Что представляет из себя пьезотрубка?
6. Какие виды математической обработки кадра используются в микроскопе? В каких случаях такая обработка наиболее эффективна для оптимизации качества изображения?
7. Какие виды математического анализа изображения имеются в программном обеспечении микроскопа?
8. Какие параметры шероховатости поверхности определяются с помощью туннельного микроскопа?
9. Какую информацию о структурно-фазовых составляющих образца можно получить с помощью морфологического, корреляционного и фрактального анализов изображения.

СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Логинов Б.А. Сканирующая туннельная и атомно-силовая микроскопия: пособие по работе на микроскопе СММ-2000. – М.: МИФИ, 2008.
2. Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. – Нижний Новгород: Институт физики микроструктур РАН, 2004.

Геннадий Николаевич Елманов

Борис Альбертович Логинов

ИССЛЕДОВАНИЕ ТОПОЛОГИИ ПОВЕРХНОСТИ МЕТОДОМ СКАНИРУЮЩЕЙ ТУННЕЛЬНОЙ МИКРОСКОПИИ

Лабораторный практикум

Редактор М.В.Макарова

Подписано в печать 15.10.2008. Формат 60х84 1/16.

Печ.л. 3,0 Уч.-изд.л. 3,0 Тираж 120 экз.

Изд. № 3/71. Заказ №

Московский инженерно-физический институт
(государственный университет).

115409, Москва, Каширское ш., д.31

Типография издательства «Тривант».
г. Троицк Московской области